

JP 63-145465

Fine polyvinyl alcohol fibre sheet - consists of continuous PVA fibres intertwined to provide specified openings area

Patent Assignee: KURARAY CO LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 63145465	A	19880617	JP 86289965	A	19861204	198830	B
JP 91079467	B	19911218	JP 86289965	A	19861204	199203	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 86289965 A (19861204)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 63145465	A		5		

Abstract:

JP 63145465 A

The fibre sheet in thin film consists of continuous PVA fibres having a dia. of below 1 micron and intertwined so that openings between fibres may have an area of below 1 square micron.

In the prepn., spinning soln. of PVA is extruded through projecting nozzles electrified at voltage of at least 6 KV so that the spinning soln. may be formed into fine fibres under the action of electric field. The spun fibres are laid on a conveyor and are intertwined. Concn. of spinning soln. is at least 1 wt.% and is controlled to satisfy the equation (I) (where X = concn. of spinning soln.; P = average polymerisation degree of PVA). Solvent for spinning soln. is water.

The projecting spinning nozzles are arranged in a line, in parallel or in zigzag configuration at equal intervals at right angle to running direction of sheet.

0/3

Derwent World Patents Index

© 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 7575305

JP63145465

Publication Title:

POLYVINYL ALCOHOL FINE FIBER SHEET LIKE ARTICLE AND ITS PRODUCTION

Abstract:

Abstract not available for JP63145465 Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

⑪ 公開特許公報 (A)

昭63-145465

⑤Int.Cl.⁴D 04 H 3/00
3/03

識別記号

庁内整理番号

D-6844-4L
A-6844-4L

④公開 昭和63年(1988)6月17日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑩発明の名称 ポリビニルアルコール系微細繊維シート状物及びその製造方法

⑪特願 昭61-289965

⑫出願 昭61(1986)12月4日

⑬発明者 松尾 義輝 岡山県倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

⑭発明者 山口 新司 岡山県倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

⑮出願人 株式会社クラレ 岡山県倉敷市酒津1621番地

⑯代理人 弁理士 本多 堅

明細書

1. 発明の名称

ポリビニルアルコール系微細繊維シート状物
及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 繊維直径が1ミクロン以下の連続した微細繊維が相互に横層交差してなり、繊維間の開口部が1平方ミクロン以下である薄膜状のポリビニルアルコール系微細繊維シート状物。

(2) 紡糸原液を吐出するノズルを1ホール毎に突出させた口金に6KV以上の電圧を印加し、前記ノズル孔部より流出させる紡糸原液を帶電させて、該紡糸原液を高電界の作用で微細纖維化するに際し、ポリビニルアルコール系紡糸原液の濃度Xを、Yのポリビニルアルコールの平均重合度Pとの関係において、下記(1)式で表わされる範囲に調整して紡出することを特徴とするポリビニルアルコール系微細繊維シート状物の製造方法

$$21.5 - 5 \cdot \log \bar{P} \leq X \text{ wt\%} \leq 51.9 - 11.8 \cdot \log \bar{P} \quad \dots \dots (1)$$

(3) 突出させた口金は交互に等間隔でシート進行方向に直角に1列もしくは平行多数列、あるいは千鳥足状多数列配置し、原液の溶媒が水であることを特徴とするポリビニルアルコール系微細繊維シート状物の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は高電圧を利用して紡糸したポリビニルアルコール系微細繊維の緻密かつ均一な薄膜状シート状物及びその製造方法に関するものである。
(従来の技術)

微細繊維を得る方法は高速紡糸や複合紡糸など各種あるが、シート状に得るにはメルトプローンのよう強い熱風により吹き飛ばす方法があり、ナイロン、ポリプロピレン、ポリエチレン等熱溶融性ポリマーに用いられている。しかし繊維直径は平均して1ミクロン(4)前後にはなるものの、そのバラツキの巾が大きく、かつまた空気流に依存するため薄膜シート状に得るには、繊維の存在密度に疎密があり、均一薄膜状のシートは得られな

かつた。

1 μ以下の極細の微細纖維からなる均一かつ緻密な平面シート状物はフィルター分野やメディカル分野に強いニーズがあるにもかかわらず、1 μ以下の細さでかつ $1 \mu^2$ 以下の細かな開口部を有する均質なシート状物は得られておらずその要求に答えられていなかつた。

一方高電圧を利用して微細纖維を得る方法は特公昭48-1466号公報に開示されているが、ポリマーがアクリロニトリルに関するものであり、纖維直径や、纖維の均齊さ及び得られたシート中の纖維間の均一性を制御するため条件については開示されていない。

(発明が解決しようとする問題点)

前述透防止や、抗原、抗体等蛋白質の高分子量物を捕える薄膜状シート状としては、纖維直径が1 μ以下で開口部が $1 \mu^2$ 以下という均齊な構造が要求されるが、従来技術においては、これに合致する纖維状構造を得ることができなかつた。

本発明は上記のような纖維状構造を得んとす

るものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明者等は、ポリビニルアルコール(PVA)を用いて鋭意検討した結果、纖維直径や纖維の均一さ、及び得られたシート中の纖維間の均一性が紡糸原液の濃度に極めて依存性の高いことを発見した。しかもその濃度はポリマーの重合度に依存し、上述の如き本発明の目的の纖維状構造を得るためにには、ポリビニルアルコールの紡糸原液濃度を重合度に応じて定められた範囲に調整する必要があることが解つた。即ちポリマーとしてPVAもしくは変性PVAを用い、溶剤として水および/または水に有機溶剤、アルカリ、酸を加えたものを用い、これにPVAもしくは変性PVAを溶解し、均一に粒状ゲル物を無くして溶解したものを高温に保持された状態で紡糸原液とする。加熱紡糸原液を紡糸ノズルから吐出させる場合、ノズルを1ホール毎に突出させた口金とし、これに6 KV以上好ましくは10 KV以上の直流高電圧もしくは陰陽片側のパルス波高電圧をかける。これにより、

応じて原液溶解濃度を決める必要があり、PVAの平均重合度を \bar{P} (桜田式による)とすると、好ましい溶解濃度 X wt%は、 $21.5 - 5 \log \bar{P}$ より大きく、 $51.9 - 11.8 \log \bar{P}$ より小さい範囲でしかも少くとも1 wt%より高いポリマーの溶解濃度である。上記濃度のPVAによつて微細纖維の緻密なシート状物が得られたものである。

PVA纖維が半乾燥状態で堆積しシートの微細開口部をうずめて開口部が $1 \mu^2$ 以下となるには紡出原液の吐出量を極力低目にすることが好ましく $1.5 \sim 0.05 g/cm^2 \cdot min$ (面積:ノズル口内断面積)とするのが良く、大きくすると微細化の範囲から逸脱すると共に斑を生じやすくなる。シート状物の形成を早めるため吐出量を多くすると纖維直径が 1μ 以上の太い纖維が混じり纖維間の開口部が $1 \mu^2$ より大となるためメディカル用フィルターとして透過防止性が不良となり不適であつた。特に蛋白質分離フィルターとしての性能が不十分となり使用することができなかつた。

ここで用いられるPVA系ポリマーとしては、水

溶性のものであればいずれでも良く、通常の PVA の他にカルボキシル基変性 PVA、スルホン酸基変性 PVA、リン酸基変性 PVA 等のアニオン変性 PVA またはカチオン変性 PVA あるいはエチレン、長鎖アルキル基を有するビニルエーテル、ビニルエステル、(メタ)アクリルアミド、アルファオレフィン等を共重合したもの、シラン変性したもの等、変性 PVA も使用できる。ポリマーを溶解する溶媒としては水の他ジメチルスルホキシド、エチレングリコール、グリセリン、トリエチレングリコール等有機溶媒を混合しても良く、必要に応じてホウ酸や苛性ソーダ等を添加しても良い。

以下図面の装置により本発明を説明する。

第1図において、PVAを溶解した紡糸原液はギヤーポンプ1により計量送液され、分配整流プロツク2により均一な圧力と液量となるように分配され口金部3に送られる。口金部では中空針状の1ホール毎に突出させた口金4が取りつけられ電気絶縁部5によつて電気が口金部3全体に漏れるのを防止している。導電材料で作られた突出した

模写した図を
鏡写真を示す。 繊維間の開口部とは走査型電子顕微鏡(=SEM)を用いて10000倍～30000倍の写真により観察される纖維の存在の認められない部分を指し、その部分が1μ²より越える場合がフィルター特性として不充分であると評価されている。また纖維直径とは纖維が2～5本膠着束になつていても明らかに元の太さが認められる場合のその最小単位を指し、膠着後の太さではない。第2図の纖維の平均直径は約0.2μであり纖維間の開空部は最大0.8μ²であつた。

以下更に実施例により本発明を詳述する。

実施例

PVAの重合度 \bar{P} を1700、3500、5000、12500、16200と5種を用い、溶解濃度を各々変えて以下の条件で紡出した。得られた纖維直径とシートの開口部面積を調べた。

ノズル内径	0.5 mm
E P 加電圧	10 KV
ノズル吐出量	0.1 g/min

口金4は無端コンベヤからなる形成シート引取り装置7の進行方向に直角方向に多段並列に垂直下向きに取りつけられ、直流高電圧発生電源の一方の出力端子を該突出した口金4に取りつけ、各突出口金4は導線により印加を可能にしている。形成シート引取り装置の無端コンベヤにはアースをとつた導電性部材8が取付けられ、印加された電位が中和できるようになつてある。口金部3より突出口金4に圧送された紡糸原液は帯電分離されついで電場により液滴の1点からファイバーが連続的に引き出され分割された纖維が多段拡散し、半乾燥の状態で形成シート引取装置7に取付けられた導電性部材上に堆積し、胶着層が進み、シート引取り装置により移動され、その移動と共に次の突出口金の微細纖維の堆積をうけ、次々と堆積を繰返しながら緻密かつ均一な薄膜状シートが形成される。得られたシートは必要により熱処理、強乾燥を加えてシートとして引取る。

第2図にはPVAを用いた微細纖維の緻密かつ均一な薄膜シート状物の好適な例の走査型電子顕微

突出ノズル先端 からアース金網 面までの距離	5.0 mm
コンベア速度	1.0 cm/min

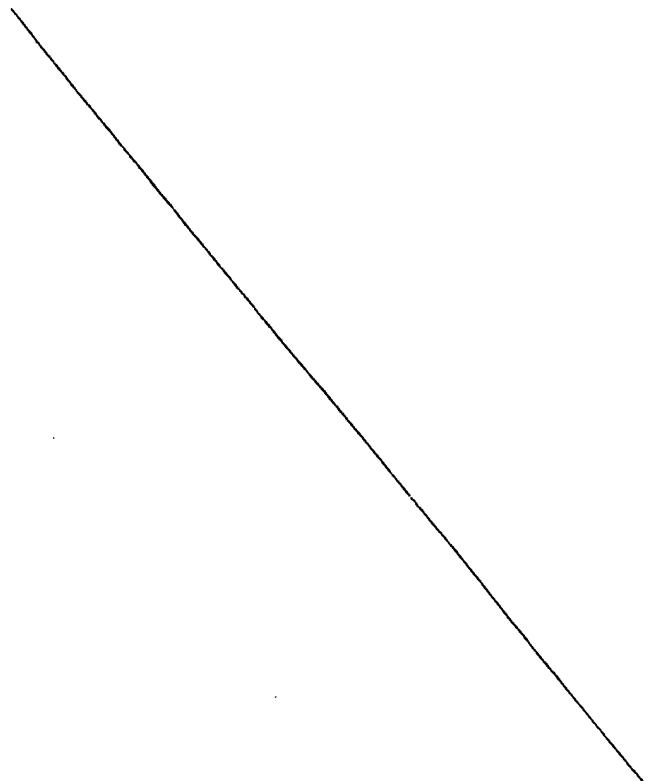


表 1

重合度 \bar{P}	1700	3500	5000	12000	16200
PVA 濃度(%)	4	2	2	1	
繊維紡出性	△～×	△～×	×	△	
繊維直徑(μ)	0.1	0.1	0.8	0.6	
最大繊維間開口部(μ)	0.8	0.9	1.1	1.4	
PVA 濃度(%)	6	4	3	1.5	1
繊維紡出性	○	○	○	○	○
繊維直徑(μ)	0.2	0.3	0.3	0.4	0.2
最大繊維間開口部(μ)	0.8	0.7	0.6	0.7	0.8
PVA 濃度(%)	10	6	4	2	1.3
繊維紡出性	○	○	○	○	○
繊維直徑(μ)	0.4	0.3	0.2	0.3	0.2
最大繊維間開口部(μ)	0.8	0.8	0.7	0.6	0.9
PVA 濃度(%)	12	8	6	2.5	1.7
繊維紡出性	○	○	○	○	○
繊維直徑(μ)	0.5	0.8	0.4	0.5	0.3
最大繊維間開口部(μ)	0.8	0.9	0.7	0.7	0.9
PVA 濃度(%)	14	9	8	3	2
繊維紡出性	○	○	○	○	○
繊維直徑(μ)	0.9	1.0	0.8	0.7	0.4
最大繊維間開口部(μ)	0.9	0.9	1.0	0.9	0.8
PVA 濃度(%)	16	12	10	5	3
繊維紡出性	○	△	×	×	×
繊維直徑(μ)	1.2	1.8	1.6	1.3	2.9
最大繊維間開口部(μ)	1.5	2.7	2.3	1.9	5.0

繊維紡出性 ○ 良好
 △ やや不調
 × 粒状物あり不調

表 1 の結果を、ヨコ軸に PVA の平均重合度 \bar{P} (横田式による) を対数にとりタテ軸を PVA の濃度をとつて、繊維紡出性が良好でかつ繊維直徑が 1 μ 以下でかつ繊維間の開口部が 1 μ² 以下となるものを○印で、それらどちらかを越えるものや紡出性の不調なものを×印でプロットしたのが第 3 図である。この図より PVA の平均重合度 \bar{P} と好適な PVA 濃度の関係を導き出し、第 3 図の斜線の部分となることが明らかとなつた。なお PVA の重合度が 500 未満になると曳糸性が悪く不調であり、濃度が 1 % 未満になると溶解の均一性の面で問題を生じたため、好ましい範囲から除外した。

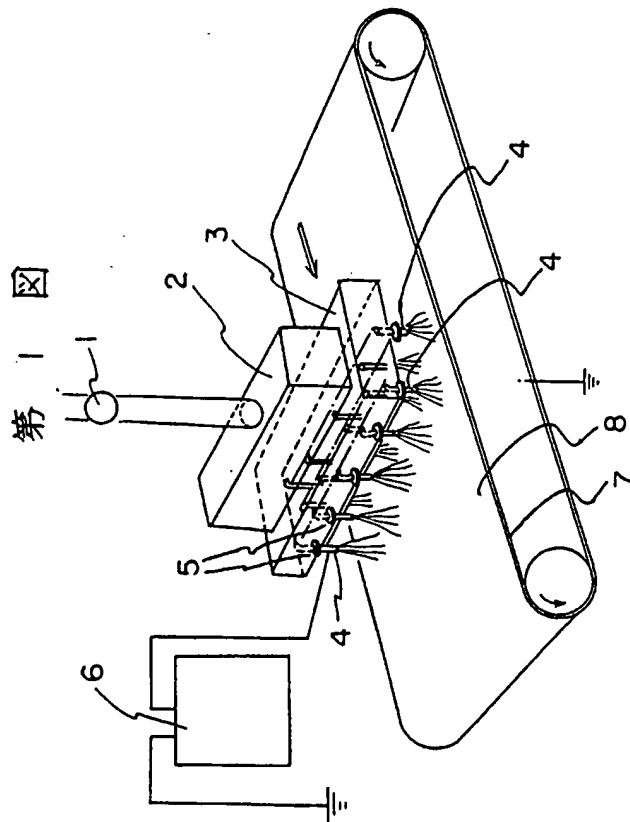
PVA 重合度が低いと得られたシートの強度は低いものとなりがちであつたが PVA の重合度が高くなると、良好な微細繊維薄膜シートを得るために好適濃度範囲はせまくなるが得られたシートの強さや引裂けにくさが良くなるという特徴が認められた。

4. 図面の簡単な説明

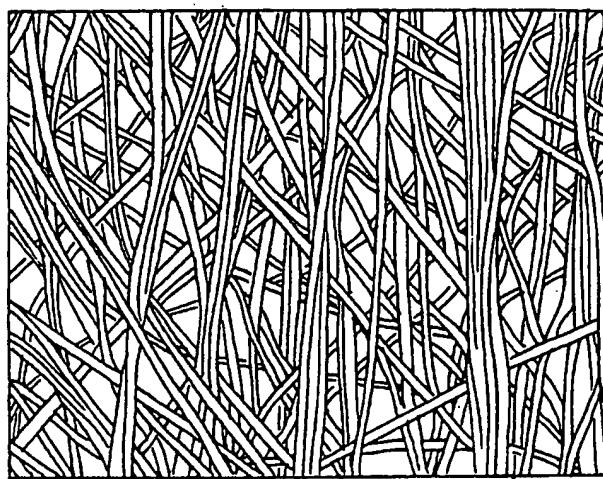
第 1 図は本発明を実施するための装置の概略図

を示し第 2 図は本発明の微細繊維シート状物の走査型電子顕微鏡写真、第 3 図は PVA の平均重合度と PVA 濃度との相関図で好適な範囲を示した図である。

特許出願人 株式会社 クラレ
 代 委 人 弁理士 本多 堅



第 2 図



← 1/ μ $\times 10000$

第 3 図

